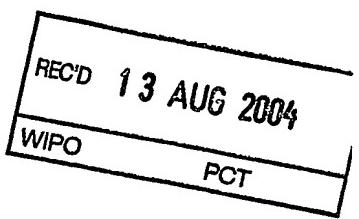


DEUTSCHLAND

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 29 535.6

Anmeldetag: 30. Juni 2003

Anmelder/Inhaber: SLS MICRO TECHNOLOGY GmbH,
21079 Hamburg/DE

Bezeichnung: Miniaturisierte Anreicherungsvorrichtung

IPC: B 01 D, G 01 N

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 26. Juli 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

S

Stremm®



- 1 -

MINIATURISIERTE ANREICHERUNGSVORRICHTUNG

Die Erfindung betrifft eine miniaturisierte Vorrichtung zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen bzw. Atomen, 5 insbesondere für einen Miniatur-Gaschromatographen, und ein Verfahren zur Herstellung einer solchen miniaturisierten Vorrichtung. Darüber hinaus betrifft sie auch die Verwendung nanoskaliger Partikel, Röhren und/oder Fasern zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen bzw. Atomen zu Analyse- 10 zwecken.

Zur Absenkung der Nachweisgrenze von Analyse-Geräten, insbesondere für die Gasanalytik, wird häufig eine Probenanreicherung am Eingang des Analyse-Systems durchgeführt. Mit Hilfe 15 einer solchen Probenanreicherung kann die Nachweisgrenze um zwei bis drei Größenordnungen herabgesetzt werden. Dies wird in der klassischen Analytik beispielsweise mit sogenannten "Tenax"-Röhrchen erzielt. Diese enthalten ein organisches Polymer als Adsorbens zur Anreicherung organischer Verbindungen. Auch andere Substanzen, z.B. Zeolith, werden zu diesem Zweck eingesetzt. Die genannten Füllstoffe bestehen aus Partikeln mit einer stark porösen Oberflächentopologie. Dadurch weisen sie gegenüber Partikeln mit homogener Oberflächenstruktur eine stark vergrößerte spezifische Oberfläche (m^2/g) auf und besitzen eine hohe Speicherkapazität für gasförmige 20 Substanzen. Auf diese Weise wird die Adsorption von Gasmolekülen an Oberflächen für die Probenanreicherung nutzbar gemacht. 25

30 Die verfügbaren Röhrchen sind relativ voluminös und daher mit dem Gesamtkonzept eines miniaturisierten Analysesystems nicht vereinbar. Darüber hinaus ist das Einbringen der Adsorbenzien

- 2 -

in solche Röhrchen mit den Verfahren der Mikrosystemtechnik nicht möglich.

Aus der US 6,004,450 ist ein Verfahren zur Herstellung einer
5 porösen Siliziummembran in einem Siliziumsubstrat in Mikrosy-
stemtechnik bekannt. Die poröse Siliziummembran kann zur An-
reicherung von Probenmaterial herangezogen werden. Nachteilig
10 an diesem Verfahren ist, daß es lediglich in dem verwendeten
Substrat Silizium eine poröse Struktur erzeugt und daher kei-
ne Einstellung der Oberflächenenergie durch Wahl anderer Ma-
terialien oder Materialkombinationen ermöglicht. Des weiteren
ist eine anschließende homogene Beschichtung der porösen Si-
lizium-Strukturen, insbesondere in der vertikalen Orientie-
rung, nicht möglich.

15 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Vorrichtung
zur Verfügung zu stellen, mit deren Hilfe eine wirksame Pro-
benanreicherung bei miniaturisierten Analysengeräten, insbe-
sondere Miniatur-Gaschromatographen, ermöglicht wird, die mit
20 Verfahren der Mikrosystemtechnik leicht herstellbar ist, ei-
nen geringen Energiebedarf hat und die oben beschriebenen
Nachteile des Standes der Technik nicht aufweist. Darüber
hinaus ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfah-
ren zur Herstellung einer solchen Vorrichtung zur Verfügung
25 zu stellen.

Die erfindungsgemäße Lösung der Aufgabe erfolgt durch eine
Vorrichtung mit den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1
sowie ein Verfahren gemäß Anspruch 17.

30 Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Speicherung und/oder An-
reicherung von Molekülen und/oder Atomen weist eine Kammer

mit einem Füllmaterial auf, das aus Kohlenstoff-Nanoröhren und/oder Kohlenstoff-Nanofasern besteht oder diese enthält.

Kohlenstoff-Nanoröhren (carbon nanotubes) sind als solche bekannt (s. bspw. H. Hoffschulz, 2000, „Anwendungsperspektiven von Kohlenstoff-Nanoröhren“, Physikalische Blätter 56, 53-56). Es handelt sich hierbei um erst vor einigen Jahren entdeckte Kohlenstoffmodifikationen, die eine röhrenförmige Gestalt aufweisen. Kohlenstoff-Nanoröhren gehören zu den nanoskaligen bzw. nanokristallinen Feststoffen. Hierzu zählen auch die sogenannten Fullerene (z.B. das "Buckminster"-Fulleren aus 60 Kohlenstoffatomen), die im wesentlichen kugelförmige Kohlenstoffverbindungen darstellen. Diese Feststoffe zeichnen sich durch Abmessungen (z.B. Durchmesser) aus, die im Nanometerbereich (0,1 – 1000 nm) liegen. So weisen Kohlenstoff-Nanoröhren Durchmesser von beispielsweise 0,5 bis 100 nm auf. Hierbei kann zwischen einschichtigen (single wall nanotubes, SWNT) und mehrschichtigen (multi wall nanotubes, MWNT) Kohlenstoff-Nanoröhren unterschieden werden. SWNT können Durchmesser von beispielsweise 0,5-1,5 nm aufweisen, MWNT besitzen dagegen meist größere Durchmesser von beispielsweise 2-20 nm. Die Länge der Röhren kann dabei stark variieren. Längen von etwa 0,5 nm bis zu mehreren Mikrometern sind bislang erhältlich. Kohlenstoff-Nanofasern sind Stapel aus kleinen Graphitlagen, die ebenfalls eine hohe Speicherkapazität aufweisen.

Kohlenstoff-Nanoröhren lassen sich beispielsweise durch plasmagestützte chemische Abscheideverfahren (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD) herstellen. Die plasmagestützte Abscheidung von Kohlenstoff-Nanoröhren ist aus verschiedenen Veröffentlichungen bekannt (s. bspw. Z.F. Ren et

- 4 -

al., 1998, „Synthesis of large arrays of well-aligned carbon nanotubes on glass“, SCIENCE 282, 1105-1107; M. Chhowalla et al., 2001, „Growth process conditions of vertically aligned carbon nanotubes using plasma enhanced chemical vapor deposition“, Journal of Applied Physics 90, 5308-5317; US 2002/0004136 (US 6,361,861)). Die Veröffentlichungen, deren Offenbarung durch Inbezugnahme in die vorliegende Anmeldung aufgenommen wird, beschreiben die Abscheidung von vertikal ausgerichteten Nanoröhren auf Substraten wie Graphit, Glas und Silizium, wobei in der Regel Metall-Katalysatoren verwendet werden.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist mit Verfahren der Mikrosystemtechnik vergleichsweise leicht herstellbar. Die Kohlenstoff-Nanoröhren und/oder Kohlenstoff-Nanofasern können direkt auf einem geeigneten Substrat bzw. Träger (beispielsweise einer Siliziumscheibe) aufgebracht werden. Sie weisen eine große spezifische Oberfläche auf und adsorbieren beispielsweise Gasmoleküle. Die Eigenschaften der Kohlenstoff-Nanoröhren und/oder Kohlenstoff-Nanofasern können durch Vorsehen entsprechender Abscheideparameter bei der PECVD beeinflußt werden, so daß insbesondere die Oberflächenenergie des Füllmaterials gezielt einstellbar ist.

Die erfindungsgemäße miniaturisierte Vorrichtung besitzt eine sehr geringe Wärmekapazität. Dadurch können Analysensysteme realisiert werden, die für die Probenanreicherung gegebenenfalls mit einem geringen Energiebedarf gekühlt und zur Desorption der Probenmoleküle mit einem geringen Energiebedarf aufgeheizt werden können. Dies ist insbesondere für transportable Analysengeräte wichtig, da es hier auf einen geringen Energiebedarf ankommt.

Bevorzugt ist das Füllmaterial der erfindungsgemäßen Vorrichtung porös. Es ist allerdings auch möglich, beispielsweise in das Innere der Kohlenstoff-Nanoröhren Substanzen (z.B. Metalle) einzubringen, um beispielsweise die Adsorptionseigenschaften gezielt einzustellen.

Die Kammer der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist bevorzugt auf einem Träger bzw. Substrat angeordnet. Dieser Träger kann 10 beispielsweise aus Glas oder Metall sein, ist aber bevorzugt eine Siliziumscheibe (Si-Wafer).

Die Kammer kann unmittelbar auf der Oberfläche bzw. einem Teil der Oberfläche des Trägers realisiert sein! Es ist aber 15 auch möglich, die Kammer in eine Oberfläche des Trägers versenkt anzuordnen. Hierzu können beispielsweise in einem Si-Wafer kanalartige Strukturen vorgeformt werden, an deren Grund eine Schicht aus Kohlenstoff-Nanoröhren aufgebaut wird. Auf diese Weise ist eine besonders platzsparende Ausführungs- 20 form der erfindungsgemäßen Vorrichtung herstellbar.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist das Füllmaterial mit mindestens einer Schicht aus amorphem Kohlenstoff abgedeckt. Auf diese Weise kann die Kammer in einfacher Weise gebildet werden. Die Wände der Kammer mit dem Füllmaterial werden bei dieser Ausführungsform von dem Träger und der Schicht aus amorphem Kohlenstoff gebildet. Die Schicht aus amorphem Kohlenstoff kann ebenfalls auf einfache Weise durch plasmagestützte chemische Gasphasenabscheidung 30 (PECVD) gebildet werden.

Unter einem amorphen Material wird ein Stoff verstanden, bei dem die Atome keine geordneten Strukturen, sondern ganz unregelmäßige Muster bilden. Regelmäßig strukturierte Materialien werden dagegen als Kristalle bezeichnet. Die Schicht aus 5 amorphem Kohlenstoff besteht daher aus Kohlenstoffatomen, die keine geordnete Struktur, wie z.B. die Kohlenstoff-Nanoröhren, ausbilden.

In einer Ausführungsform der Erfindung ist eine Heizeinrichtung vorgesehen, die bevorzugt an einer Seite bzw. auf einer Oberfläche des Trägers angeordnet ist, die der Seite bzw. 10 Oberfläche des Trägers mit der Kammer gegenüberliegt. Die Heizeinrichtung kann beispielsweise eine Widerstandsheizung in Dickschicht- oder Dünnenschicht-Technologie sein. Die Heizeinrichtung wird vorgesehen, um eine gezielte Freisetzung adsorbiert Moleküle oder Atome zu ermöglichen. Die Heizeinrichtung kann auch in den Träger versenkt angeordnet sein. 15

In einer weiteren Ausführungsform ist eine Kühleinrichtung 20 vorgesehen. Hierbei kann es sich beispielsweise um ein Pelz-Element handeln. Bevorzugt ist die Kühleinrichtung der Oberfläche des Trägers mit der Kammer gegenüberliegend angeordnet. Besonders bevorzugt ist die Kühleinrichtung in einer Ausnahme des Trägers angeordnet, so daß die Kühleinrichtung 25 von der Kammer nur durch einen vergleichsweise dünnwandigen Bereich des Trägers getrennt ist. Auf diese Weise ist eine effiziente Kühlung bei gleichzeitig geringem Energiebedarf möglich. Die Kühleinrichtung kann entweder alternativ zur Heizeinrichtung oder auch zusätzlich vorgesehen sein. Eine Kühlung kann vorteilhaft sein, um die Adsorption von Probenmolekülen zu verbessern bzw. zu erleichtern. 30

Die Kammer der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist bevorzugt kanalartig ausgebildet. Weiterhin bevorzugt weist die Kammer einen Eingang und einen Ausgang für die Zu- und Abfuhr eines Fluids, beispielsweise einer Probe der zu untersuchenden Moleküle oder Atome, auf. Dadurch kann ein Fluidstrom, beispielsweise ein Gasstrom mit zu untersuchenden Gasmolekülen, durch die Kammer mit dem Füllmaterial geleitet werden. Durch ist die Beladung des Füllmaterials mit Probenmolekülen besonders erleichtert.

10

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist der Ausgang mit dem Eingang einer Trennsäule verbindbar. Dadurch ist es möglich, die erfindungsgemäße Vorrichtung unmittelbar an eine ebenfalls in Mikrosystemtechnik realisierte Trennsäule, wie sie beispielsweise aus der DE 19726000 oder der DE 20301231 bekannt sind, anzuschließen. Dies ist beispielsweise vorteilhaft, um Totvolumina so gering wie möglich zu halten.

Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung einer miniaturisierten Vorrichtung zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen, insbesondere für einen Miniatur-Gaschromatographen. Bei dem Verfahren wird mindestens eine Schicht aus einem Füllmaterial, das aus nanoskaligen Partikeln, Röhren und/oder Fasern besteht oder diese enthält, auf einen Träger aufgebracht. Diese mindestens eine Schicht des Füllmaterials wird vorzugsweise mit mindestens einer Schicht aus einem amorphen Material abgedeckt.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens lässt sich in besonders vorteilhafter Weise eine miniaturisierte Vorrichtung zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen oder At-

- 8 -

- men, insbesondere für einen Miniatur-Gaschromatographen, herstellen. Zur Herstellung von miniaturisierten Analysesystemen sind entsprechend angepaßte Verfahren erforderlich, um optimale Resultate zu erzielen und nicht nur eine kompakte Bauweise, sondern auch eine hohe Trennschärfe und Analysegenauigkeit zu ermöglichen. Das erfindungsgemäße Verfahren ist an die Erfordernisse der Mikrosystemtechnik besonders gut angepaßt. Das Füllmaterial besteht aus oder enthält nanoskalige Partikel, Röhren und/oder Fasern. Deren Abmessungen, insbesondere der Durchmesser, liegen im Nanometerbereich ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$). Zu den nanoskaligen Partikeln gehören beispielsweise Kohlenstoff-Nanoröhren, Kohlenstoff-Nanofasern und die sogenannten Fullerene. Das C-60-Fulleren (ein Fullerene mit 60 C-Atomen), das die Form eines geschlossenen Isokaeders, einem Polyeder mit zwölf pentagonalen und 20 hexagonalen Segmenten, besitzt, weist z.B. einen Durchmesser von etwa 0,7-1 nm auf. Diese Kohlenstoffverbindungen besitzen hohe Speicherkapazität und physikalisch-chemische Beständigkeit.
- Bevorzugt wird das Füllmaterial mit einer amorphen Kohlenstoffschicht abgedeckt. Dies ist besonders vorteilhaft, da eine solche Schicht ebenfalls durch plasmagestützte chemische Gasphasenabscheidung durch Einstellen der entsprechenden Verfahrensparameter, die dem Fachmann bekannt sind, hergestellt werden kann. Es ist daher möglich, sowohl die Füllmaterial-schicht(en) als auch die Abdeckschicht(en) in einem Arbeitsgang zu fertigen. Bevorzugt werden daher die Schicht(en) aus dem Füllmaterial und die Schicht(en) aus dem amorphen Material mittels PECVD aufgebracht.
- Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird der Bereich auf dem Träger, in dem die Schicht des Füllmaterials aufgebracht

- 9 -

wird, bevorzugt durch eine auf dem Träger aufgebrachte Katalysatorschicht aus einem strukturierten Übergangsmetall vorgegeben. Als Träger wird bevorzugt eine Siliziumscheibe eingesetzt. Die Bildung von Kohlenstoff-Nanotubes wird durch

- 5 Übergangsmetalle, beispielsweise Eisen, Nickel oder Kobalt, katalysiert. Chhowalla et al., 2001, J. Appl. Phys. 90, S. 5308-5317, beschreiben, daß nanoskalige Partikel des Metallkatalysators, die durch Sintern einer Metallkatalysator-schicht hergestellt wurden, auf dem vom Träger abgewandten
10 Ende der wachsenden Nanoröhren "reiten" und dort deren Bil-dung katalysieren. Durch Einstellen der Partikelgröße des Me-tallkatalysators kann beispielsweise der Durchmesser der ge-bildeten Nanoröhren, und damit auch deren physikalisch-chemische Eigenschaften, gezielt beeinflußt werden. In dem
15 Bereich des Trägers bzw. im dem Bereich der Fläche des Trä-gers, der/die mit dem Metallkatalysator beschichtet ist, wächst die Schicht aus Kohlenstoff-Nanoröhren bevorzugt auf. Die laterale Ausdehnung des Füllmaterials auf dem Träger kann daher dadurch festgelegt werden, daß in dem gewünschten Be-reich die Metallkatalysatorschicht aufgebracht wird. Bei dem
20 Metallkatalysator kann es sich um Eisen, Nickel oder Kobalt handeln. Es kommen aber auch andere Übergangsmetalle in Fra-ge. Unter einem Übergangsmetall wird hierbei ein Element der Gruppen 3-11 nach der IUPAC-Klassifizierung (Elemente mit den
25 Ordnungszahlen 21-30, 39-48, 71-80, 103-112) sowie die Gruppe der Lanthanoiden (Elemente der Ordnungszahlen 57-70) und Ac-tinoiden (Elemente der Ordnungszahlen 89-102) verstanden.

- 30 Alternativ ist es aber auch möglich, den Bereich, in dem die Schicht des Füllmaterials aufgebracht wird, mit Hilfe der dem Fachmann auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik bekannten Ab-hebetechnik (Lift-Off-Technik) zu bestimmen. Hierzu können

- 10 -

die Bereiche des Trägers, die kein Füllmaterial aufweisen sollen, mit einer Opferschicht abgedeckt werden. Geeignete Opferschichtmaterialien (z.B. SiO₂) sind dem Fachmann bekannt. Die Füllmaterialschicht/Füllmaterialschichten

5 wird/werden zunächst sowohl in den mit der Opferschicht bedeckten als auch in opferschichtfreien Bereichen des Trägers aufgebracht. Anschließend kann die Opferschicht mit dem darauf befindlichen Füllmaterial beispielsweise mittels chemischer Verfahren entfernt werden, so daß das Füllmaterial nur
10 noch in den opferschichtfreien Bereichen erhalten bleibt.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden die Schicht(en) aus dem Füllmaterial und die Schicht(en) aus dem amorphen Material vorzugsweise so auf dem Träger aufgebracht, daß zwischen dem Träger und der Schicht aus dem amorphen Material ein Kanal gebildet wird, der das Füllmaterial enthält. Bevorzugt werden in den Träger Öffnungen eingebracht, über die der Kanal an die Außenwelt angeschlossen werden kann, um beispielweise eine Trennsäule oder ein Probenaufgabesystem anzuschließen.
15
20

Die Erfindung betrifft auch die Verwendung nanoskaliger Partikel, Röhren und/oder Fasern, insbesondere von Kohlenstoff-Nanotubes, Kohlenstoff-Nanofasern oder Fullerenen, zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen zum Zweck der Analyse der Moleküle oder Atome. Dabei handelt es sich bevorzugt um Moleküle bzw. Atome aus einem Fluidstrom, bevorzugt einem Gasstrom.
25

30 Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 Eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Fig. 2 Eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen
5 Vorrichtung.

Fig. 3 Eine dritte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vor-
richtung.

10 Fig. 1 zeigt eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur Speiche-
rung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen. Auf
der Oberfläche eines Siliziumwafers 6 ist eine Schicht 2 ei-
nes Füllmaterials mit Kohlenstoff-Nanoröhren mittels PECVD
aufgebracht. Die Füllmaterialschicht 2 ist mit einer Schicht
15 5 aus amorphem Kohlenstoff abgedeckt, so daß eine kanalartige
Kammer 1 mit dem Füllmaterial 2 gebildet ist. In den Silizi-
umwafer 6 sind mit bekannten Verfahren der Mikrosystemtechnik
zwei Öffnungen, ein Eingang 3 und ein Ausgang 4, eingebracht.
Über eine Verbindung 11 stehen die Öffnungen mit der Kammer 1
20 in Verbindung. Ein Fluid, beispielsweise ein Gasstrom mit zu
analysierenden Gasmolekülen, kann durch den Eingang 3, die
Kammer 1 mit dem Füllmaterial 2 und den Ausgang 4 die Vor-
richtung durchströmen. Zu untersuchende Probenmoleküle werden
von dem Füllmaterial 2 adsorbiert und angereichert. An der
25 Seite des Trägers 6, die derjenigen mit der Kammer 1 gegenüberliegt, befindet sich eine Heizeinrichtung 7, beispiels-
weise Dickschicht- oder Dünnschicht-Widerstandselemente. Mit
Hilfe der Heizeinrichtung 7 können vom Füllmaterial 2 adsor-
bierte Moleküle und/oder Atome wieder desorbiert werden. An
30 den Ausgang 4 kann eine Trennsäule angeschlossen sein.

- 12 -

Der Silizium-Wafer 6 weist beispielsweise Abmessungen von 5 x 3 mm auf, die Kammer 1 mit dem Füllmaterial 2 ist etwa 3 mm lang und wenige Zehntel mm breit und tief.

- 5 Zur Herstellung der Vorrichtung wird beispielsweise zunächst eine Opferschicht aus einem organischen Material in den Bereichen des Trägers 6, einem Si-Wafer, aufgebracht, die die Verbindung 11 bilden sollen. Anschließend werden das Füllmaterial 2 und die Schicht 5 aus amorphem Kohlenstoff mittels PECVD aufgebracht. Von der anderen Seite werden der Eingang 3 und Ausgang 4 durch übliche Verfahren der Mikrosystemtechnik in den Si-Wafer 6 strukturiert. Die Opferschicht wird danach entweder verascht oder mit Hilfe von Chemikalien aufgelöst.
- 10
- 15 Es ist auch möglich, zunächst den Eingang 3 und Ausgang 4 zu strukturieren und dabei eine dünne Si-Schicht (Si-Membran) stehen zu lassen, auf die anschließend die Opferschicht aufgebracht wird. Die Si-Membran und die Opferschicht können dann nach Abscheiden der Schicht des Füllmaterials 2 und der Schicht 5 des amorphen Kohlenstoffs auf chemischem Wege entfernt werden.
- 20
- 25 Darüber hinaus kann nach Strukturierung des Eingangs 3 und des Ausgangs 4 auch ein Stöpsel aus geeignetem Material so in die entstandenen Öffnungen auf der Seite mit der zukünftigen Kammer 1 eingeführt werden, daß der Bereich, der die spätere Verbindung 11 bildet, nicht von Füllmaterial 2 bedeckt wird. Nach Herstellung der Kammer 1 mit dem Füllmaterial 2 kann der Stöpsel, beispielsweise auf chemischem Wege, wieder entfernt werden.
- 30

- 13 -

Fig. 2 zeigt eine erfindungsgemäße Vorrichtung, bei der der Kanal 1 in die Oberfläche des Trägers 6 versenkt ist. Hierzu wurde mit üblichen Verfahren (z.B. Ätztechniken) der Mikrosystemtechnik eine entsprechende Vertiefung in den Träger 6, eine Si-Scheibe, strukturiert. Mit Hilfe plasmagestützter chemische Gasphasenabscheidung (PECVD) wurde das Füllmaterial 2 in der Vertiefung abgelagert. Auf diese Weise ist eine besonders platzsparende Ausführungsform herstellbar.

Fig. 3 zeigt eine Ausführungsform, bei der eine Kühleinrichtung 8 vorgesehen ist. Diese ist in einer Ausnehmung 9 angebracht, die in dem Träger 6 vorgesehen ist. Dadurch ist die Kühleinrichtung 8 durch einen vergleichsweise dünnwandigen Bereich 10 von dem Füllmaterial 2 in der Kammer 1 getrennt, so daß eine optimale Übertragung der Kälteenergie möglich ist.

PAT 0958

- 14 -

PATENTANSPRÜCHE

1. Miniaturisierte Vorrichtung zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen, insbesondere für einen Miniatur-Gaschromatographen, gekennzeichnet durch eine Kammer (1) mit einem Füllmaterial (2), das aus Kohlenstoff-Nanoröhren und/oder Kohlenstoff-Nanofasern besteht oder diese enthält.
- 5 10 2. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Füllmaterial (2) porös ist.
- 15 3. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammer (1) auf einem Träger (6) angeordnet ist.
- 20 4. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammer (1) auf einer Oberfläche des Trägers (6) oder in eine Oberfläche des Trägers (6) versenkt angeordnet ist.
- 25 5. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Träger (6) eine Siliziumscheibe ist.
- 30 6. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Füllmaterial (2) mit mindestens einer Schicht (5) aus amorphem Kohlenstoff abgedeckt und dadurch die Kammer (1) gebildet ist.

- 15 -

7. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Heizeinrichtung (7) vorgesehen ist.
- 5 8. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizeinrichtung (7) der Oberfläche des Trägers (6) mit der Kammer (1) gegenüberliegend angeordnet ist.
- 10 9. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizeinrichtung (7) eine Widerstandsheizung in Dickschicht- oder Dünnschicht-Technologie ist.
- 15 10. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Kühleinrichtung (8) vorgesehen ist.
- 20 11. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühleinrichtung (8) ein Peltier-Element ist.
- 25 12. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühleinrichtung (8) der Oberfläche des Trägers (6) mit der Kammer (1) gegenüberliegend angeordnet ist.
- 30 13. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühleinrichtung (8) in einer Ausnehmung (9) des Trägers (6) angeordnet ist.

- 16 -

14. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammer (1) kanalartig ausgebildet ist.
- 5 15. Miniaturisierte Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammer (1) einen Eingang (3) und einen Ausgang (4) für die Zu- und Abfuhr einer Probe der Moleküle oder Atome aufweist.
- 10 16. Miniaturisierte Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Ausgang (4) mit dem Eingang einer Trennsäule (12) verbindbar ist.
- 15 17. Verfahren zur Herstellung einer miniaturisierten Vorrichtung zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen, insbesondere für einen Miniatur-Gaschromatographen, gekennzeichnet durch die Schritte:
 - a) Aufbringen mindestens einer Schicht aus einem Füllmaterial, das aus nanoskaligen Partikeln, Röhren und/oder Fasern besteht oder diese enthält, auf einen Träger
 - b) Abdecken der mindestens einen Schicht des Füllmaterials mit mindestens einer Schicht aus einem amorphen Material.
- 20 25 18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß die nanoskaligen Partikel, Röhren und/oder Fasern Kohlenstoff-Nanoröhren, Kohlenstoff-Nanofasern und/oder Fulleren sind.
- 30 19. Verfahren nach Anspruch 17 oder 18, dadurch gekennzeichnet, daß das amorphe Material amorpher Kohlenstoff ist.

- 17 -

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Schicht aus dem Füllmaterial und die Schicht aus dem amorphen Material durch plasmagestützte chemische Gasphasenabscheidung (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD) aufgebracht wird.
- 10 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß der Bereich auf dem Träger, in dem die Schicht des Füllmaterials aufgebracht wird, durch eine auf dem Träger aufgebrachte Katalysatorschicht aus einem strukturierten Übergangsmetall vorgegeben wird.
- 15 22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß als Übergangsmetall Eisen, Nickel oder Kobalt verwendet wird.
- 20 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Schicht aus dem Füllmaterial und die Schicht aus dem amorphen Material so auf dem Träger aufgebracht werden, daß zwischen dem Träger und der Schicht aus dem amorphen Material ein Kanal gebildet wird, der das Füllmaterial enthält.
- 25 24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß in den Träger Öffnungen eingebracht werden, über die der Kanal an die Außenwelt angeschlossen werden kann.
- 30 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß als Träger eine Siliziumscheibe verwendet wird.

- 18 -

26. Verwendung nanoskaliger Partikel, Röhren und/oder Fasern, insbesondere von Kohlenstoff-Nanoröhren, Kohlenstoff-Nanofasern oder Fullerenen, zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen zum Zweck der Analyse der Moleküle oder Atome.
- 5
27. Verwendung nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, daß Moleküle oder Atome aus einem Fluidstrom, bevorzugt einem Gasstrom, gespeichert und/oder angereichert werden.

10

ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft eine miniaturisierte Vorrichtung zur Speicherung und/oder Anreicherung von Molekülen und/oder Atomen, insbesondere für einen Miniatur-Gaschromatographen, und ein Verfahren zur Herstellung einer solchen miniaturisierten Vorrichtung. Die Erfindung stellt eine Vorrichtung zur Verfügung, mit deren Hilfe eine wirksame Probenanreicherung bei miniaturisierten Analysengeräten, insbesondere Miniatur-Gaschromatographen, ermöglicht wird. Die Vorrichtung weist eine Kammer (1) mit einem Füllmaterial (2) auf, das aus Kohlenstoff-Nanoröhren und/oder Kohlenstoff-Nanofasern besteht oder diese enthält. Die Vorrichtung ist mit Verfahren der Mikrosystemtechnik leicht herstellbar und weist einen geringen Energiebedarf auf. Darüber hinaus wird ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Vorrichtung zur Verfügung gestellt.

Fig. 1

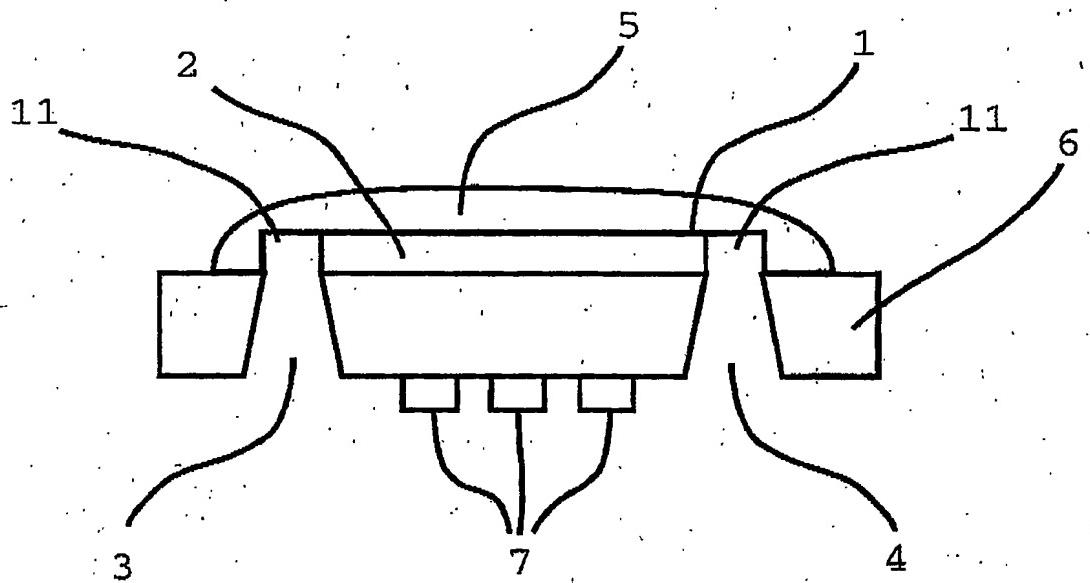


Fig. 1

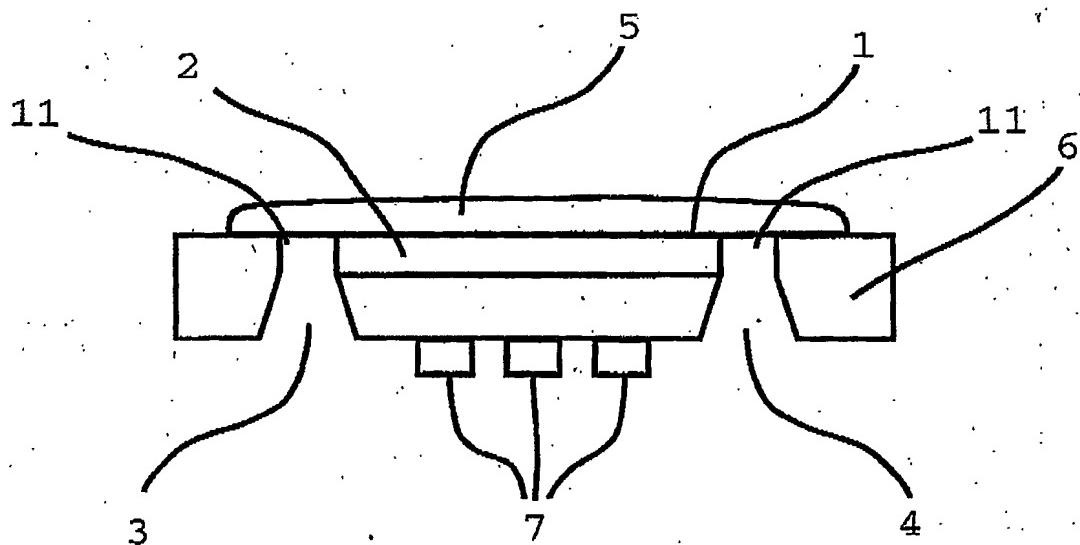


Fig. 2

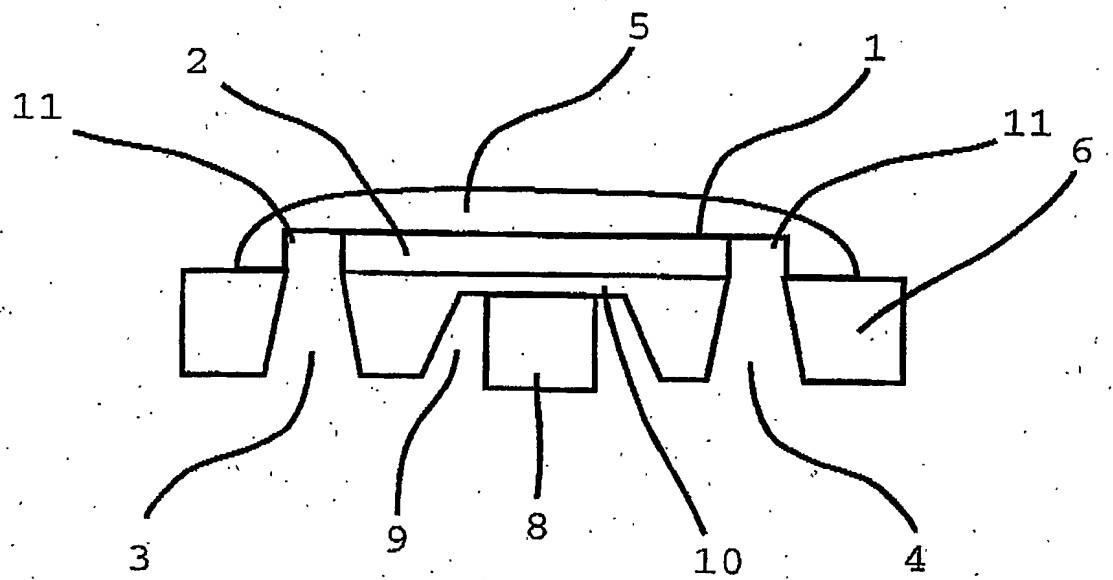


Fig. 3